

LC-MSによる食品中のアミノ酸の分析

Analysis of amino acids in food and drink using LC-MS

アミノ酸は、分子中にアミノ基とカルボキシル基を持った化合物の総称で、天然には数百種類というオーダーで存在することが知られています。生体主要成分のひとつであるタンパク質を構成する基本単位であるほか、神経伝達物質など生理活性低分子の合成原料であり、また単体でもさまざまな生理活性を有します。医薬・食品分野で幅広く研究されており、近年では、サプリメントなど健康食品にも多用されています。

一般にアミノ酸の分析には、陽イオン交換カラム分離・ポストあるいはプレカラム誘導体化・蛍光検出を備えたHPLCシステムが用いられ、食品中の含有量やタンパク質構造解析における組成分析、そのほか先天性アミノ酸代謝異常症の診断にも使われています。しかし専用シス

テムが必要である、分離に比較的時間が掛かるなど、汎用性やいっそうのスピードアップが望まれています。ここでは、LC-MSを用いたアミノ酸の分析例を紹介します。

アミノ酸は水溶液中pHにより、正または負に帯電する両性化合物であることから、エレクトロスプレーイオン化(ESI)法が適しています。Fig.1にGlycine, L-Leucine, L-Tryptophan標準品の正イオンESIマスペクトルを示します。酸性移動相では、いずれのアミノ酸もプロトン化分子(M+H)が基準ピークとして観察されます。次に各アミノ酸の(M+H)を検出イオンとして、LC-MS測定を行いました。Fig.2にアミノ酸標準品混合物のSIMクロマトグラムを示します。約12分で18成分のアミノ酸の定量に必要な分離が完了しています。

S.Yamaki

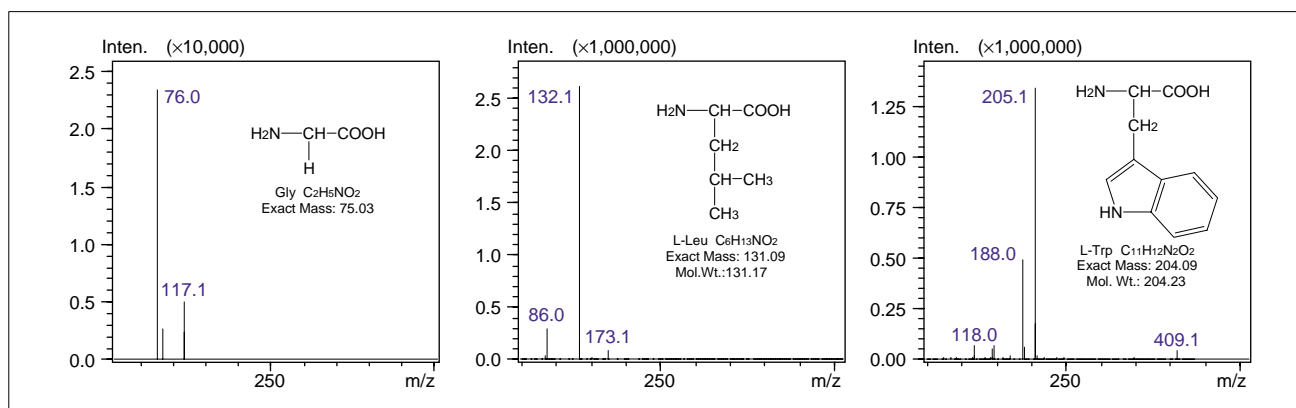


Fig.1 グリシン L-ロイシン L-トリプトファンの正イオンESIマスペクトル
Positive ESI-MS spectra of Glycine, L-Leucine and L-Tryptophan.

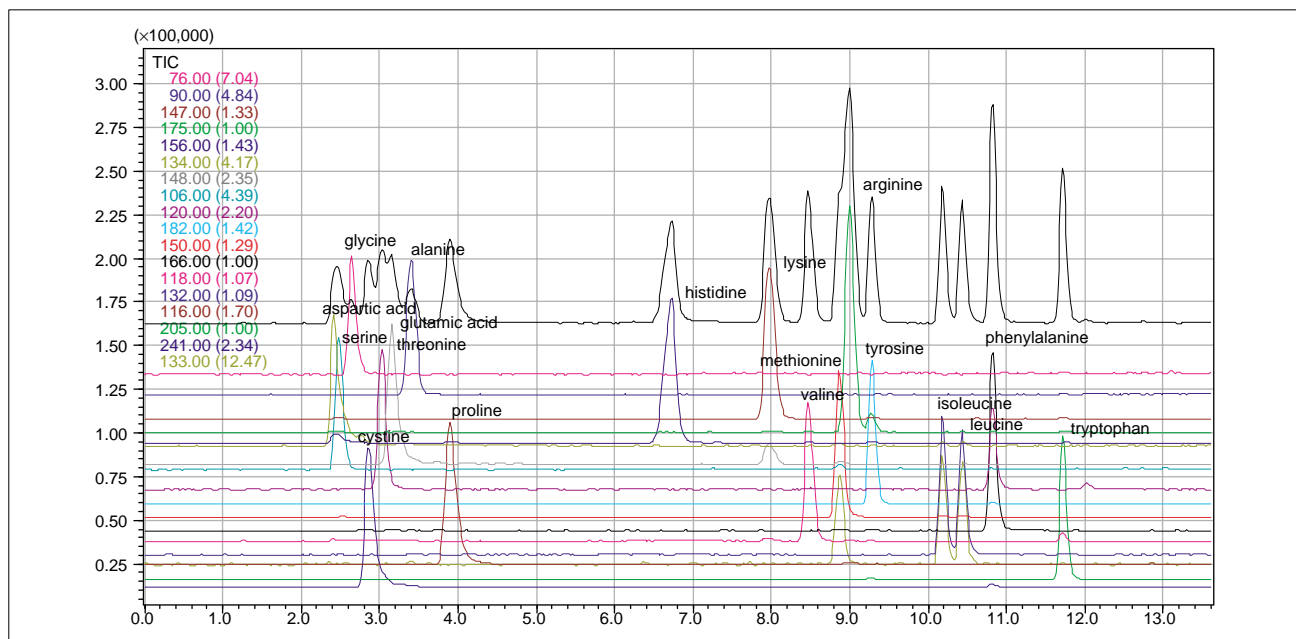


Fig.2 アミノ酸標準品混合物(18成分)のSIMクロマトグラム
MS chromatogram of amino acid standard mixture (SIM mode).

Fig.3にはGlycine, L-Leucine, L-Tryptophan標準品の検量線を示しました。得られた検量線はpmolオーダーで相関係数0.997以上と、良好な直線性を示しています。他のアミノ酸もほぼ同様の結果が得られました。

次に食品実試料として、しょう油に含まれるアミノ酸を分析した例をFig.4に示します。しょう油は250倍に希

釈し、メンブレンフィルターを通過後、分析用試料としました。

本分析は、アミノ酸含有清涼飲料水、日本酒、食酢、植物試料(茶葉抽出液)などの遊離アミノ酸分析に応用できます。

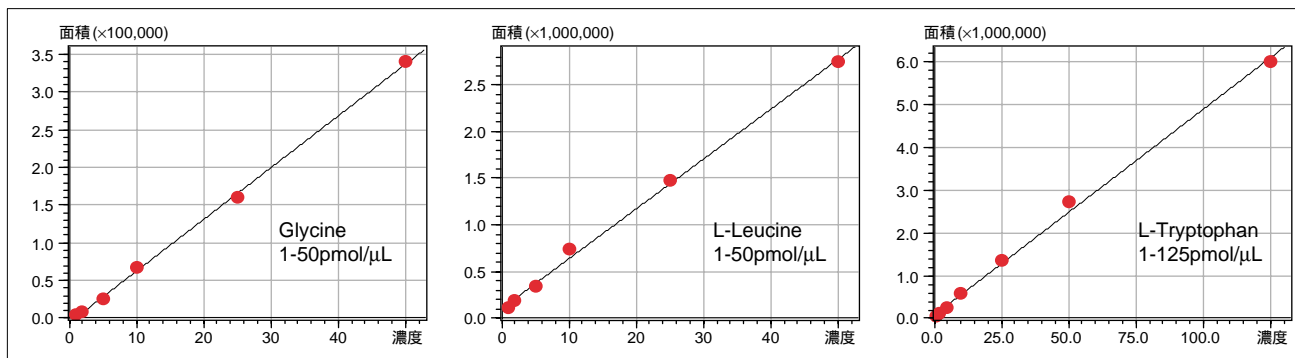


Fig.3 アミノ酸標準品の検量線
Calibration curves of amino acid standard.

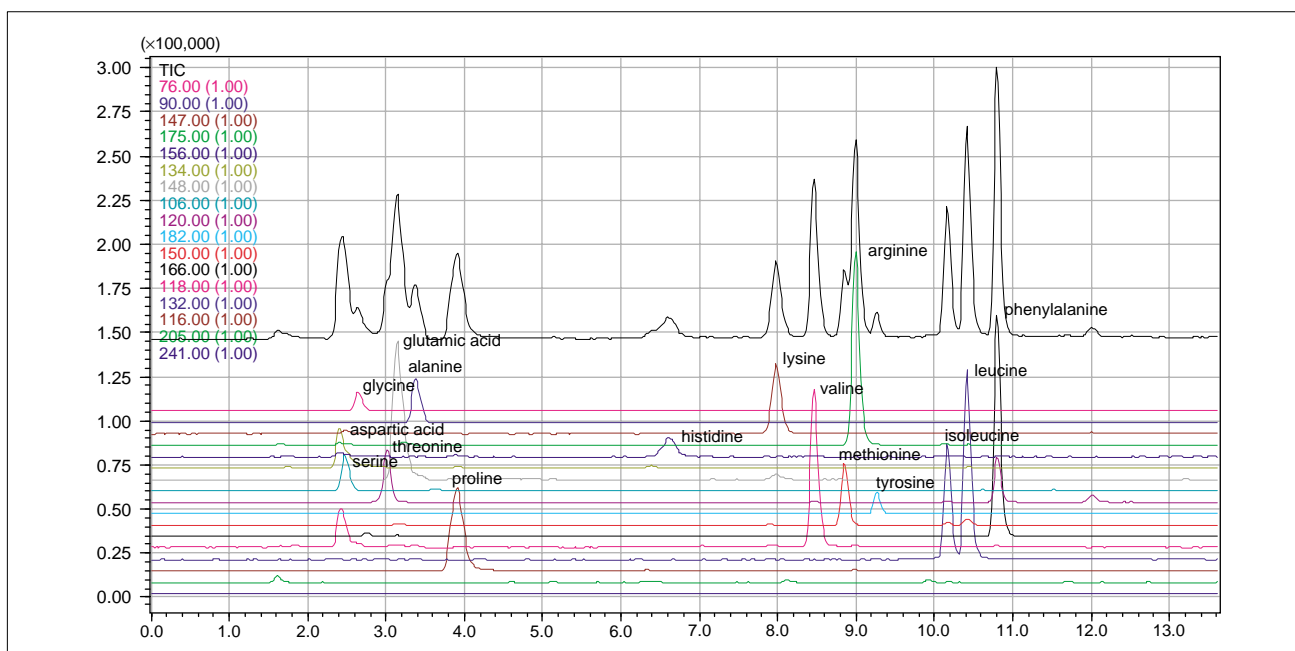


Fig.4 しょう油中アミノ酸のSIMクロマトグラム
MS chromatogram of amino acids in soy sauce (diluted 250 times).

Table 1 分析条件
Analytical conditions for LC-MS

Column	: Shim-pack FC-ODS (2.0mm I.D. × 150mmL.)
Mobile phase	: ion pair reagent-water / acetonitrile
Time program	: gradient elution
Flow rate	: 0.2mL/min
Injection volume	: 3μL
Probe voltage	: +4.5kV (ESI-Positive mode)
CDL temperature	: 200°C
Block heater temperature	: 200°C
Nebulizing gas flow	: 1.5L/min
Drying gas pressure	: 0.1MPa
CDL voltage	: +10V
Q-array DC voltage	: Scan mode
Q-array RF voltage	: Scan mode
SIM	: m/z 76, 90, 147, 175, 156, 134, 148, 106, 120, 182, 122, 150, 166, 118, 132, 116, 205, 241

 島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

<http://www.an.shimadzu.co.jp>

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-01501-16A-1K
2005.1